

(DDTCNa)^[5,6],可提高一取代、二取代有机锡在非极性有机溶剂中的溶解性。生物试样及海产品采用盐酸、溴化氢、醋酸消化或振荡、超声后加入溶剂萃取。盐酸浓度不宜过高,通常为 1~2 mol/L,以避免 TPhT 的分解。溴化氢和醋酸还可以起离子对的作用,提高有机锡的萃取效率。本文采用氢溴酸 + 四氢呋喃 (1 + 20) 和 0.03 % 环庚三烯酚酮 - 正己烷为提取溶液进行两步提取,获得了良好的萃取效率,且在鱼类试样提取中加入 0.15 g EDTANa₂,明显减少了凝胶净化过程中单取代有机锡的损失。

有机锡衍生化常用的方法包括格林试剂烷基化衍生、四烷基硼化钠烷基化衍生、氢化衍生等。格林试剂烷基化应用最早,发展最成熟。常见的衍生方法有乙基化、丙基化、戊基化和己基化。由于乙基衍生生产物易于挥发,在前处理过程中丢失严重,多数学者采用了丙基化^[2]及戊基化^[6]。Tsunoi 等^[12]采用 GC-MS/MS,比较了几种格林试剂的衍生效果,研究发现戊基化衍生效果优于其它试剂,其检测限达到 0.2~0.35 pg,回收率为 90%~122%。戊基化方法相对于丙基化来说,产物挥发性降低、稳定性提高,可以获得更高的灵敏度与重现性。但格林试剂衍生反应需要在严格的无水与不带活泼氢离子的非极性溶剂中进行,萃取过程较为复杂耗时。

为减少衍生试剂以及试样基底的干扰,常需要对衍生后的试样进行净化处理。通常采用色谱柱净化,常用的净化柱有 Florisil 短柱、Florisil - 无水硫酸钠、氧化铝和 Florisil - 氧化铝等。本文采用两根 1.5 g Florisil 和 2 g 无水硫酸钠的佛罗里硅土柱净化,分别用正己烷和正己烷 + 甲苯 (5 + 1) 洗脱,获得了良好的净化效果,有效提高了检测的准确度和灵敏度。

参考文献

- [1] 江桂斌. 国内外有机锡污染研究现状[J]. 卫生研究, 2001, 30 (1): 1-3.

- [2] SHIRASHI H, SOMA M. Triphenyltin compounds in mussels in Tokyo bay after restriction of use in Japan[J]. Chemosphere, 1992, 24: 1103-1109.
- [3] UNEO S. Determination of butyltin metabolites in the mouse liver by flameless atomic absorption spectrophotometry[J]. J Vet Med Sci, 1995, 57(4): 789-791.
- [4] WASIK A, CIESIELSKI T. Determination of organotin compounds in biological samples using accelerated solvent extraction, sodium tetraethylborate ethylation, and multicapillary gas chromatography-flame photometric detection[J]. Anal Bioanal Chem, 2004, 376(5): 1357-1363.
- [5] MUNOZ J, BAENA J R, GALLEGO M, et al. Speciation of butyltin compounds in marine sediments by preconcentration on C60 and gas chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Chromatogr A, 2004, 1023(2): 175-181.
- [6] BADU R, TAO H, MIYAZAKI A, et al. Determination of butyl-, phenyl-, octyl-, tributylmonomethyltin compounds in a marine environment (Bay of Bengal, India) using gas chromatography-inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Environ. Monit. 2001, 3: 627-634.
- [7] BANCON-MONTIGNY Ch, LESPES G, POTIN-GAUTIER M. Improved routine speciation of organotin compounds in environmental samples by pulsed flame photometric detection[J]. Journal of Chromatography A, 2000, 896: 149-158.
- [8] AMIRAV A, JING H. Pulsed flame photometric detector for gas chromatography[J]. Analytical Chemistry, 1995, 67: 3305-3308.
- [9] MARJORIE L, LESPES G, POTIN-GAUTIER M. Determination of organotin compounds in environmental samples by GC-PPPD[Z]. Varian Application Note, 2003.
- [10] KANNAN K, TANABE S, TATSUKAWA R. Occurrence of butyltin residues in certain foodstuffs[J]. Bull Environ Contam Toxicol, 1995, 55: 510-516.
- [11] DIEZ M, ABALOS J, BAYONA M. Organotin contamination in sediments from the Western Mediterranean enclosures following 10 years of TBT regulation[J]. Water Research, 2002, 36: 905-918.
- [12] TSUNOI S, MATOBA T, SHIOI H, et al. Analysis of organotin compounds by grignard derivatization and gas chromatography-ion trap tandem mass spectrometry[J]. Journal of Chromatogr A, 2002, 962(1-2): 197-206.

[收稿日期: 2007 - 08 - 29]

中图分类号: R15; O657.71; O627.42; TS254.5 文献标识码: A 文章编号: 1004 - 8456(2008)02 - 0130 - 06

消息

抗亚洲锈病真菌大豆品种

经过多年的努力,最近巴西农业科研人员培育出一种大豆品种,可以抵抗亚洲锈病真菌。新品种预计在 2008 年上市。亚洲锈病真菌传播速度快、范围广,破坏力极强,主要通过风力传播,一旦农作物受害将减产 90% 以上。使用农药成本高而且效果不佳。所以,培育出具有抗病基因的大豆是一种较好的解决办法。巴西农牧业研究院网站 9 月 25 日称,该院科研人员在现有大豆品种中筛选出 11 个具有部分抗亚洲锈病真菌能力的品种,然后通过杂交,培育出抗亚洲锈病真菌的新品种。